

REC'D 09 DEC 2003
WIPO PCT

PCT/KR 03/02523
RO/ 21.11.2003

Rec'd PCT/PTO 17 MAY 2005



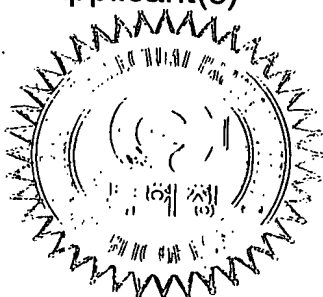
별첨 사본은 아래 출원의 원본과 동일함을 증명함.

This is to certify that the following application annexed hereto is a true copy from the records of the Korean Intellectual Property Office.

출원 번호 : 10-2002-0072977
Application Number

출원 년 월 일 : 2002년 11월 22일
Date of Application NOV 22, 2002

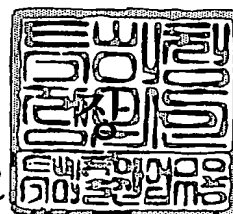
출원인 : 주식회사 코오롱
Applicant(s) KOLON IND. INC./KR



2003 년 11 월 21 일

특 허 청

COMMISSIONER



PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

【서지사항】

【서류명】	특허출원서
【권리구분】	특허
【수신처】	특허청장
【참조번호】	0001
【제출일자】	2002.11.22
【발명의 명칭】	무광택 폴리아미드 6 섬유 및 그의 제조방법
【발명의 영문명칭】	A full dull polyamide 6 yarn, and a process of preparing the same
【출원인】	
【명칭】	주식회사 코오롱
【출원인코드】	1-1998-003813-6
【대리인】	
【성명】	조 활 래
【대리인코드】	9-1998-000542-7
【포괄위임등록번호】	1999-008004-1
【발명자】	
【성명의 국문표기】	김 재 영
【성명의 영문표기】	KIM, Jae-Young
【주민등록번호】	700301-1896616
【우편번호】	730-030
【주소】	경상북도 구미시 공단동 212
【국적】	KR
【발명자】	
【성명의 국문표기】	박 용 태
【성명의 영문표기】	PARK, Young-Tae
【주민등록번호】	710801-1908912
【우편번호】	730-030
【주소】	경상북도 구미시 공단동 212
【국적】	KR
【취지】	특허법 제42조의 규정에 의하여 위와 같이 출원합니다. 대리인 조 활 래 (인)

【수수료】

【기본출원료】	15	면	29,000	원
---------	----	---	--------	---

【가산출원료】	0	면	0	원
---------	---	---	---	---

【우선권주장료】	0	건	0	원
----------	---	---	---	---

【심사청구료】	0	항	0	원
---------	---	---	---	---

【합계】	29,000	원		
------	--------	---	--	--

【첨부서류】

1. 요약서·명세서(도면)_1통

【요약서】

【요약】

본 발명은 무광택 폴리아미드 6 섬유 및 그의 제조방법에 관한 것으로서, 본 발명의 섬유는 이산화티탄이 섬유중량 대비 1.5~2.5 중량% 함유되어 있으며, 섬유 50mg 내에 직경이 5 μ m 이상인 이산화티탄 입자수가 35~95개인 것을 특징으로 한다. 또한 본 발명의 제조방법은 이산화티탄 슬러리 제조시 적심제로 포스페이트염을 이산화티탄 중량대비 0.1~0.5 중량% 첨가하고 농도보정시에는 물과함께 카프로락탐을 사용하며, 이산화티탄 슬러리를 폴리아미드 6의 중합반응 공정에 투입시에는 분산제로 나프탈렌술포네이트계 염을 투입함을 특징으로 한다. 본 발명은 섬유물성 및 조업성의 저하 없이도 섬유내에 적정 직경을 갖는 이산화티탄을 많이 함유시킬 수 있어서 섬유의 무광택 효과 및 드레이프성을 향상시킨다.

【색인어】

무광택, 폴리아미드, 이산화티탄, 입경, 적심제, 분산제, 드레이프성

- <5> 섬유 내에 무기물질을 함유시키는 종래 방법을 보다 구체적으로 살펴보면, 무기물질을 물에 적셔주는 적심(Wetting) 공정과, 상기 공정에서 응집된 무기물질을 분쇄시켜주는 분쇄공정과, 농도보정 공정과, 침전공정을 거쳐 무기물질 슬러리를 제조한 다음, 상기 슬러리를 폴리아미드 6의 중합반응 공정 중에 투입하여 무광택 폴리아미드 6 섬유를 제조 하였다. 이때 무기물질로는 평균직경이 $0.3\sim 0.4\mu\text{m}$ 수준인 이산화티탄을 주로 사용하였다.
- <6> 상기 방법에서 이산화티탄의 원래 입자 크기만으로는 조업성 및 섬유물성 저하가 일어나지 않으나, 상기 적심(wetting) 공정 중에 이산화티탄이 급격히 응집되기 때문에 조업성 및 섬유물성 저하 문제가 발생 되었다.
- <7> 종래의 상기 방법에서는 적심(Wetting) 공정에서의 이산화티탄 응집 현상은 필연적이라고 간주하고, 이를 폴리아미드 6의 중합반응 공정에 투입하기 전에 이들중 입자가 큰 것들을 분리하고 입자가 작은것만 투입하는 방법으로 적심(wetting) 공정에서의 이산화티탄 응집 문제를 해결하여 왔다.
- <8> 이로 인해, 이산화티탄 슬러리 제조공정의 수율이 저하되고, 분리공정이 추가되어 공정이 복잡하고, 중합반응 공정으로 투입되는 이산화티탄의 입자크기도 불균일 하였다.
- <9> 따라서, 상기 종래방법에서는 이산화티탄을 섬유(폴리머) 중량대비 1.5 중량% 이상 투입시 직경이 큰 이산화티탄의 입자에 의해 팩(방사구금)의 압력이 급상승하게 되고, 이산화티탄의 불균일한 분산으로 인해 원사장력이 불균일하여 구금직하에서의 원사의 굴곡 및 절사가 심해지는 문제가 발생하였다.

【명세서】

【발명의 명칭】

무광택 폴리아미드 6 섬유 및 그의 제조방법 {A full dull polyamide 6 yarn, and a process of preparing the same}

【발명의 상세한 설명】

【발명의 목적】

【발명이 속하는 기술분야 및 그 분야의 종래기술】

- <1> 본 발명은 섬유(원사) 내에 이산화티탄을 다량 함유하여 광택이 없고 중량감(이하 "드레이프성"이라 한다)이 우수한 무광택 폴리아미드 6 섬유 및 그의 제조방법에 관한 것이다.
- <2> 폴리아미드 6 섬유는 우수한 기계적 성질 등으로 인하여 천연섬유를 대체하여 의류용으로 널리 사용되고 있으나, 금속적인 광택으로 차가운 느낌과 지나치게 가벼운 느낌을 주며 너무 투명하여 감각적인 특성을 중시하는 시장요구를 충족시키지 못하는 문제도 있었다.
- <3> 이와 같은 문제점을 해소하기 위하여, 폴리아미드 6 섬유를 중합하는 공정 중에 소광효과를 발현하는 무기물질을 투입하여 광택을 없애고 드레이프성(Drape property)을 향상시키는 방법이 널리 사용되고 있다. 그러나 상기 방법은 무기물질의 투입량을 섬유(폴리머) 중량대비 1.5 중량 %로 높게 설정할 때에는 무기물질의 불균일한 분산으로 인해 조업성이 저하되고 섬유물성도 나빠지는 문제가 있었다.
- <4> 따라서, 종래에는 무기물질을 폴리아미드 6 섬유내에 1.5 중량% 이상 함유시킬 수 없는 한계가 있었고, 이로인해 섬유의 금속 광택을 없애거나 드레이프성을 개선하는데에는 한계가 있었다.

- <10> 이와 같은 종래방법에서는 조업성 및 물성저하 문제로 이산화티탄의 투입량을 일정수준 이상으로 설정할 수 없었고, 이로 인해 폴리아미드 6 섬유의 무광택성과 드레이프성 개선도 제한될 수 밖에 없었다.
- <11> 본 발명의 목적은 적심(Wetting) 공정에서의 이산화티탄 재응집 현상을 효과적으로 방지 하므로써 이산화티탄을 폴리머내에 균일하게 분산시켜 조업성 및 물성저하 없이도 섬유내에 다량의 이산화티탄을 함유시킬 수 있는 방법을 제공하기 위한 것이다.
- <12> 또다른 본 발명의 목적은 이산화티탄을 다량함유하여 광택이 없고 드레이프성도 양호한 폴리아미드 6 섬유를 제공하기 위한 것이다.

【발명이 이루고자 하는 기술적 과제】

- <13> 본 발명은 폴리아미드 6 중합반응 단계로 투입되는 이산화티탄의 직경을 최소화시키고 투입된 이산화티탄을 균일하게 분산시켜 조업성이나 원사물성의 저하없이도 다량의 이산화티탄을 섬유(폴리머) 내에 첨가할 수 있는 방법을 제공하고자 한다. 또한, 본 발명은 적정직경의 이산화티탄이 섬유내에 균일하게 다량 함유되어 광택이 없고 드레이프성이 우수한 폴리아미드 6 섬유를 제공하고자 한다.

【발명의 구성 및 작용】

- <14> 이와 같은 과제를 달성하기 위한 본 발명의 무광택 폴리아미드 6 섬유는, 이산화티탄이 섬유중량 대비 1.5~2.5 중량% 함유되어 있으며, 섬유 50mg 내에 직경이 5 μ m 이상인 이산화티탄 입자수가 35~95개인 것을 특징으로 한다.
- <15> 또한 본 발명의 무광택 폴리아미드 6 섬유의 제조방법은, 적심(Wetting), 분쇄, 농도보정, 침전 및 저장공정을 거쳐 이산화티탄 슬러리를 제조한 후 이를 폴리아미드 6의 중합반응

공정 중에 투입하여 무광택 폴리아미드 6 섬유를 제조함에 있어서, 상기 적심(Wetting) 공정에서 적심제로 포스페이트염을 이산화티탄 중량대비 0.1~0.5 중량% 첨가하고, 농도보정시 물과 함께 카프로락탐을 투입하고, 이산화티탄 슬러리를 폴리아미드 6의 중합반응 공정중에 투입시 나프탈렌술포네이트계 염을 함께 투입하는 것을 특징으로 한다.

<16> 이하, 본 발명을 상세하게 설명한다.

<17> 먼저, 본 발명은 적심(Wetting), 분쇄, 농도보정, 침전 및 저장공정을 거쳐 이산화티탄 슬러리를 제조한다. 상기 적심(Wetting) 공정에서는 분산매인 물에 이산화티탄 분말을 50:50으로 적신후 적심제(Wetting Agent)로 소디움바이포스페이트(Sodium biphosphat) 등과 같은 포스페이트염을 이산화티탄 중량대비 0.1~0.5 중량% 첨가하고 교반한다.

<18> 통상의 폴리아미드 6 중합반응은 주원료인 카프로락탐에 일정량의 물을 투입하여 개환반응을 거친후, 최종 폴리머를 제조하는 중축합반응 순으로 진행되기 때문에 반응계 내에 물이 일정량 함유된 상태로 반응이 전개된다. 따라서 이산화티탄 슬러리 제조공정에서도 경제적인 조건에서 분말상으로 존재하는 이산화티탄을 액상으로 적시기 위한 분산매로 물을 사용한다.

<19> 상기 적심제는 물과 이산화티탄과의 친화성을 증가시켜 적심공정의 사이클을 단축하고 적심공정 직후의 입자크기를 가능한 최소화 시키기 위해 투입한다.

<20> 적심제는 이온결합과 공유결합이 공존하는 상태의 물질로 전하를 통해 1차적으로는 물과 이산화티탄과의 친화성을 증대시키고, 나아가서는 이후의 이산화티탄 제조공정 상에서의 응집에 관련되는 전기적인 인력을 제어하는 역할을 하게 된다.

<21> 적심제를 이산화티탄 중량대비 0.1 중량% 미만으로 투입하는 경우는 그 투입효과가 거의 발현되지 않으며, 0.5 중량%를 초과하여 투입하면 0.5 중량% 투입시와 대비하여 친화성의 증

가 정도가 미미해지므로 제조원가만 상승하게 되고 극단적으로 많이 투입하는 경우에는 응집 측면에서 역효과를 나타낸다.

<22> 물론 적심공정에서 최종적인 이산화티탄 슬러리가 완성되는 것은 아니다. 적심공정의 주목적은 분말상인 이산화티탄을 분산매인 물에 가장 효율적으로 적시는 것으로서 여기에서의 슬러리 분산성은 이후 이산화티탄 제조공정 상에서의 부하 등에서만 문제가 없는 가능한 한 작은 크기로의 적정상태만 되면 된다.

<23> 이산화티탄 분말의 평균입경이 $0.3\sim 0.4\mu\text{m}$ 인 경우, 본 발명의 적심공정을 거치면 이산화티탄의 평균입경은 대략 $0.6\mu\text{m}$ 정도가 된다.

<24> 교반은 적심공정에서 발생하는 이산화티탄의 물리적인 응집문제를 해결하기 위하여 저속에서 1시간 정도, 고속에서 1시간 이상 실시하는 것이 좋다. 교반속도는 교반조의 기하구조와 연계하여 적정수준을 선정하여 실시한다. 단, 초기부터 고속으로 교반하는 경우, 과도한 교반발열 등에 의해 적심효율이 떨어질 수도 있으므로 초기에는 저속으로 이후 일정시간이 경과된 시점에서 고속으로 교반을 실시함이 바람직 하다.

<25> 상기 적심공정 다음으로는 분쇄공정을 통해 적심공정에서 제조된 이산화티탄 슬러리를 보다 세분화시키고 균일하게 분산시킨다. 분쇄공정은 지르코늄 충전물이 20 중량% 정도 충전된 샌더그라인더(Sand Grinder)를 사용하여 2회 정도 반복적으로 실시하는 것이 바람직 하다. 그러나 본 발명은 분쇄방식을 특별하게 한정하는 것은 아니다.

<26> 분쇄시 이산화티탄 슬러리의 유속은 $5\sim 20\text{kg/분}$ 수준을 유지하고, 분쇄시 계온도는 $35\sim 50^\circ\text{C}$ 로 유지하는 것이 바람직 하다.

- <27> 상기 분쇄공정 다음으로는 분쇄된 이산화티탄 슬러리가 가장 안정된 상태를 유지할 수 있는 농도가 되도록 이산화티탄 슬러리의 농도를 보정한다.
- <28> 가장 바람직하게는 분산매인 물로 농도보정을 하면 좋겠으나, 물을 증량하여 농도보정을 하는 경우는 이산화티탄 슬러리의 겔보기 점도가 저하되어 이산화티탄 슬러리의 분산안정성이 떨어지는 결과를 보이게 되며 이에 의해 이산화티탄 입자의 재응집 요인이 될 수 있다.
- <29> 또한 향후 중합반응 공정에서의 물의 양이 증가하게 되어 과도한 개환반응이 일어나게 되고 나아가서는 중합속도가 떨어지는 문제 등을 야기하게 된다. 때문에 본 발명에서는 농도 보정시 주원료인 카프로락탐을 물과 일정비율로 혼합하여 투입하는 것을 특징으로 한다.
- <30> 투입되는 카프로락탐량은 투입후 전체 이산화티탄 슬러리량 대비 25~35 중량%로 하는 것이 바람직 하다. 그 이유는 농도보정 단계 이후에는 4일간의 침전을 거쳐 최종 이산화티탄 슬러리를 제조하게 되므로 침전측면에서는 카프로락탐량이 적을수록 침전을 통한 이산화티탄의 분급효율이 올라가게 되기 때문이다.
- <31> 그리고, 카프로락탐량이 증가할수록 슬러리계 유전상수가 저하되어 응집이 증가하게 되므로 이런 측면에서도 카프로락탐량이 적을수록 유리하다. 그리고, 본 농도보정 직후에 농도보정조에서 1일 간이 침전을 실시하여 최종 침전부하를 줄인다.
- <32> 다음으로는 상기와 같이 농도보정 및 간이 침전된 이산화티탄 슬러리를 침전처리 한다. 상기 침전공정에서는 4일간의 장시간 침전을 통해 평균입경이 최소화된 최종 이산화티탄 슬러리를 제조하게 된다.
- <33> 침전조에서의 침전속도(또는 침강속도)는 분산매의 점도 및 침전조의 높이 등에 반비례하고 분산계의 온도, 중력가속도 및 이산화티탄 밀도 등에는 비례한다. 이들중 공정에서 조정

가능한 변수로는 침전조의 높이와 분산계의 온도 등이 있으며 이 변수들의 적정 조건은 다음과 같이 선정한다.

- <34> 침전조에서 4일간의 침전을 통해 분급된 최종 이산화티탄 슬러리의 평균입경이 요구수준에 부합되는지 측정한 후, 그 결과에 따라 위 변수들을 조정하게 된다.
- <35> 본 발명에서는 최종 이산화티탄 슬러리 내의 이산화티탄 입자의 평균입경은 입자크기 측정기(Particle Size Analyzer)로 측정한 결과, $0.38\mu\text{m}$ 이었으며 이산화티탄 슬러리 중의 이산화티탄 입자농도는 20°C 에서 표준비중계로 측정시에 18.5~22.0 중량% 였다.
- <36> 다음으로는 분급된 이산화티탄 슬러리를 저장한다. 상기 저장공정에서는 공정투입 직전의 슬러리를 저장하는 관계로 가능한 한 체류시간을 줄이는 것이 중요하며 체류중의 침강을 방지하기 위해 온도는 낮게 관리하는 것이 유리하다.
- <37> 이상에서와 같이 제조된 이산화티탄 슬러리는 분산성이 우수하여 종래기술에서 투입하던 함량 이상으로 투입 가능하다.
- <38> 다음으로는 상기와 같이 제조된 이산화티탄 슬러리를 폴리아미드 6 중합반응계에 공급하여 무광택 폴리아미드 6 섬유를 제조한다. 이때 본 발명에서는 분산제로 나프탈렌술포네이트계 염을 함께 투입하는 것을 특징으로 한다.
- <39> 다시말해, 이산화티탄 슬러리가 중합반응에 투입되면 다시 응집이 발생할 수가 있으므로 본 발명에서는 분산제로 나프탈렌술포네이트계 염을 투입하여 전위를 조정하여 폴리아미드 중합반응 공정에서의 이산화티탄 입자 재응집을 제어한다. 본 발명에서 투입한 분산제량은 이산화티탄 입자 1kg 대비 30~60cc로 하는 것이 바람직 하다.

- <40> 이와 같이 제조한 본 발명의 폴리아미드 6 섬유(폴리머)는 이산화티탄 입자 분산성이 매우 우수하며, 이산화티탄이 섬유 중량대비 1.5~2.5 중량% 다량 함유되어 무광택성과 드레이프성이 매우 우수하다. 또한 본 발명의 폴리아미드 6 섬유(폴리머)는 섬유(폴리머) 50mg 내에 직경이 $5\mu\text{m}$ 이상인 이산화티탄 입자수가 35~95개 이다.
- <41> 본 발명의 섬유를 제조하는 조업성은 종래 이산화티탄이 0.3~0.4 중량% 함유된 폴리아미드 6 섬유 제조공정의 조업성과 동일한 수준으로 양호하다.
- <42> 본 발명에 있어서 섬유(폴리머)의 각종 물성은 아래 방법으로 평가 하였다.
- <43> · 조대입자수
- <44> 폴리아미드 6 섬유(폴리머) 50mg 내에 함유된 $5\mu\text{m}$ 이상의 크기를 가지는 이산화티탄 응집 입자수를 의미하는 것으로 250°C 의 핫 플레이트(Hot plate) 위에 슬라이드 글라스 1장을 올려놓고, 그 위에 글라스필름 1장을 올려놓은 다음, 그 위에 50mg의 섬유(폴리머)를 올려 녹이고, 커버글라스를 덮은 다음 200g의 분동으로 눌러 얇게 편 후 총 200배율의 광학현미경으로 시료 전영역을 스캐닝하면서 $5\mu\text{m}$ 이상의 크기를 갖는 이산화티탄 응집 입자수를 측정한다.
- <45> · 이산화티탄 분산성
- <46> 폴리아미드 6 섬유(폴리머)를 마이크로톰사의 절단기(Cutter)로 슬라이싱한 시편을 슬라이드 글라스 위에 파라핀으로 침지시키고, 그 위에 커버 글라스를 덮고, 배율 625배의 광학현미경으로 10개 부위의 투과사진을 촬영한다. 촬영된 사진 각각으로부터 이산화티탄 응집입자를 찾아내어 크기 및 개수를 정리한다. 정리된 10개의 결과 중 가장 좋은 것과 나쁜 것을 각각 1개씩 제외한 후 나머지 8개 결과로 이산화티탄 분산성을 판단한다. 상기 8개 결과 중 7

개 이상이 우수하면 ◎로, 5~6개가 우수하면 ○로, 4개 이하가 우수하면 △로 각각 구분 하였다.

17> · 조업성(만권율 - F/D율)

18> 조업성은 방사공정에서 생산된 총 드럼(Drum) 중에서 전량 권취된 풀-드럼 (Full-Drum)의 비율을 나타내는 F/D율로 나타낸다.

49>
$$\text{조업성(F/D율)} = \frac{\text{풀-드럼 수}}{\text{총 드럼수}} \times 100$$

50> · 무광택성(Dull성)

51> 원사를 튜브-니팅한 후 전문가의 관능 테스트로 평가 하였다. 7년 경력 이상의 전문가 5명 중 4명 이상이 우수하다고 평가하면 ◎로, 2~3명이 우수하다고 평가하면 ○로, 1명 이하가 우수하다고 평가하면 △로 각각 구분 하였다.

52> · 드레이프성

53> 원사로 튜브-니팅한 천을 직경이 25cm인 원형으로 절단한 다음, 이를 직경 12.5cm의 실린더 위에 올려놓고 천이 아래로 처지는 정도(드레이프 계수:F)로 평가 하였다. 드레이프 계수(F)가 0.3 미만이면 ◎로 구분하고, 드레이프 계수(F)가 0.3 이상이면 △로 구분하였다. 드레이프 계수(F)는 다음식으로 구한다.

54>
$$\text{드레이프 계수(F)} = \frac{r^2 - rd^2}{rD^2 - rd^2}$$

55> 상기 식에서, rD는 완전 강연직물 반지름이고, rd는 완전 유연직물 반지름이고, r은 시편의 반지름 이다.

<56> 이하, 실시예 및 비교실시예를 통하여 본 발명을 더욱 구체적으로 살펴본다. 그러나 본 발명이 하기 실시예에만 한정되는 것은 아니다.

<57> 실시예 1

<58> 평균직경이 $0.3\mu\text{m}$ 인 이산화티탄을 물에 50:50으로 적신후 소디움바이소프레이트(적심제)를 이산화티탄 중량대비 0.3 중량% 첨가하고 교반한 다음, 샌더그라인더로 분쇄하고, 물과 이산화티탄 슬러리 중량대비 30 중량%의 카프로락탐을 함께 사용하여 이산화티탄 슬러리의 농도를 보정하고, 4일간 침지하여 최종 이산화티탄 슬러리를 제조하였다. 다음으로, 상기 이산화티탄 슬러리를 20% 수용액 상태의 나프탈렌술폰산나트륨염(분산제)과 함께 폴리아미드 6 중합 반응 공정에 투입하여 폴리아미드 6 폴리머를 제조하였다. 상기 폴리아미드 6 중합반응의 투입조성은 카프로락탐 100중량부, 물 5.3중량부 및 초산 0.1 중량% 이며, 여기에 이산화티탄 슬러리는 카프로락탐 100중량부에 대해 이산화티탄 입자량이 1.8중량부가 되도록 투입하였고, 상기 분산제는 이산화티탄 입자량 1kg당 40cc가 되도록 투입하였다. 상기와 같이 제조된 폴리아미드 6 폴리머를 통상의 방사직접연신 방사조건으로 방사하여 70데니어/36필라멘트의 폴리아미드 6 섬유를 제조하였다. 제조된 섬유의 물성 및 조업성을 평가한 결과는 표 2와 같다.

<59> 실시예 2 ~ 실시예 7 및 비교실시예 1 ~ 비교실시예 2

<60> 이산화티탄 입자량, 분산제 투입량 및 적심제 투입량을 표 1과 같이 변경한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 공정 및 조건으로 폴리아미드 6 폴리머 및 섬유를 제조하였다. 제조된 섬유의 물성 및 조업성을 평가한 결과는 표 2와 같다.

<61> 【표 1】

제조조건

구분	이산화티탄 투입량(중량부)	분산제투입량(cc)	적심제 투입량(중량%)
실시예 1	1.8	40	0.3
실시예 2	1.6	40	0.3
실시예 3	2.4	40	0.3
실시예 4	1.8	35	0.3
실시예 5	1.8	60	0.3
실시예 6	1.8	40	0.1
실시예 7	1.8	40	0.5
비교실시예 1	1.3	0	0
비교실시예 2	2.6	0	0

<62> 【표 2】

물성평가 결과

구분	조업성 (F/D율)[%]	조대입자수 (개)	이산화티탄 함유량(중량%)	이산화티탄 분산성	무광택성 (Dull성)	드레이프성
실시예 1	98.1	64	1.8	◎	◎	◎
실시예 2	98.3	47	1.6	◎	◎	◎
실시예 3	96.2	94	2.4	◎	◎	◎
실시예 4	97.0	77	1.8	◎	◎	◎
실시예 5	98.3	57	1.8	◎	◎	◎
실시예 6	97.3	83	1.8	◎	◎	◎
실시예 7	97.6	64	1.8	◎	◎	◎
비교실시예 1	98.5	33	1.3	◎	△	△
비교실시예 2	92.1	137	2.6	△	○	△

<63> ※ 이산화티탄의 함유량은 섬유 중량대비 중량% 이다.

【발명의 효과】

<64> 본 발명은 적정직경을 갖는 다량의 이산화티탄을 폴리아미드 6 섬유 내에 균일하게 분산시킬 수 있어서 조업성이나 섬유물성 저하를 방지할 수 있다. 또한 본 발명의 폴리아미드 6

섬유는 적정 직경의 이산화티탄이 균일하게 함유되어 있어서, 금속광택이 없고 드레이프성이 우수하다.

【특허청구범위】**【청구항 1】**

이산화티탄이 섬유중량 대비 1.5~2.5 중량% 함유되어 있으며, 섬유 50mg 내에 직경이 5 μm 이상인 이산화티탄 입자수가 35~95개인 것을 특징으로 하는 무광택 폴리아미드6 섬유.

【청구항 2】

1항에 있어서, 포스페이트염(적심제)이 이산화티탄 중량대비 0.1~0.5 중량% 함유되어 있는 것을 특징으로 하는 무광택 폴리아미드 6 섬유.

【청구항 3】

적심(Wetting), 분쇄, 농도보정, 침전 및 저장공정을 거쳐 이산화티탄 슬러리를 제조한 후 이를 폴리아미드 6의 중합반응 공정 중에 투입하여 무광택 폴리아미드 6 섬유를 제조함에 있어서, 상기 적심(Wetting) 공정에서 적심제로 포스페이트염을 이산화티탄 중량대비 0.1~0.5 중량% 첨가하고, 농도보정시 물과 함께 카프로락탐을 투입하고, 이산화티탄 슬러리를 폴리아미드 6의 중합반응 공정중에 투입시 나프탈렌술포네이트계 염을 함께 투입하는 것을 특징으로 하는 무광택 폴리아미드 6 섬유의 제조방법.

【청구항 4】

3항에 있어서, 카프로락탐의 투입량이 이산화티탄 슬러리 중량대비 25~35 중량%인 것을 특징으로 하는 무광택 폴리아미드 6 섬유의 제조방법.

【청구항 5】

3항에 있어서, 나프탈렌설포네이트계 염의 투입량이 이산화티탄 1kg 당 30~60cc인 것을 특징으로 하는 무광택 폴리아미드 6 섬유의 제조방법.